

PAT-NO: JP411276504A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 11276504 A

TITLE: ORTHODONTIC BRACKET AND METHOD FOR  
MANUFACTURING THE  
SAME

PUBN-DATE: October 12, 1999

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
OGATA, TOMOHIKO	N/A
YANAGIHARA, KENICHI	N/A
YOSHIDA, FUMIO	N/A

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
TORAY IND INC	N/A

APPL-NO: JP10087176

APPL-DATE: March 31, 1998

INT-CL (IPC): A61C007/14, A61C007/28 , C04B035/48

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To improve the abrasion resistance, corrosion resistance, and chemical resistance by forming cutting groove sections on a base surface to be bonded to a tooth fang surface.

SOLUTION: The orthodontic bracket is constituted of a base section 1, a supporting section 2, a guide groove 3, guide wing sections 4, cutting sections 5, and cutting groove sections 6, and the base section 1 forms an entire

bonding surface. Since the cutting groove sections 6 are formed on opposite edges on the rectangular base 1, a metal mold can be used and the bracket can be formed from injection molding. When a frame is provided on a recess section to be formed as the bonding surface, intensity of the bracket itself can preferably be improved. Thereby a bonding area becomes smaller by the frame section, however a surface inequality of the bonding surface can be remained after polishing. A medium does not directly polish the bonding surface in a barrel polish after roughening the bonding surface with a corrosive solution. Surface roughness without uncomfortable feeling can be realized thereby.

COPYRIGHT: (C)1999, JPO

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-276504

(43)公開日 平成11年(1999)10月12日

(51)IntCl.<sup>6</sup>  
A 6 1 C 7/14  
7/28  
// C 0 4 B 35/48

識別記号

F I

A 6 1 C 7/00  
C 0 4 B 35/48

B  
Z

審査請求 未請求 請求項の数6 O L (全 8 頁)

(21)出願番号 特願平10-87176

(22)出願日 平成10年(1998)3月31日

(71)出願人 000003159

東レ株式会社

東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

(72)発明者 尾形 知彦

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(72)発明者 柳原 健一

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(72)発明者 吉田 文男

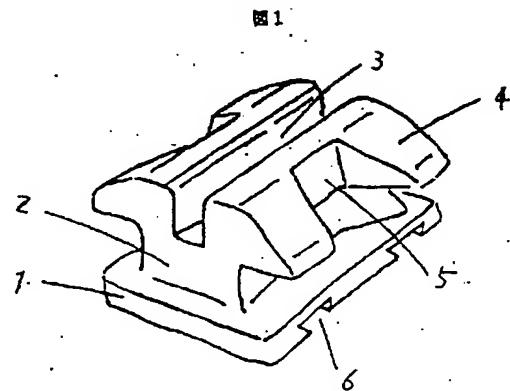
滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(54)【発明の名称】 歯列矯正用ブラケットおよびその製造方法

(57)【要約】

【解決手段】歯牙の表面に接着剤によって接着され、所定の歯牙間に掛け渡した歯列矯正用ワイヤーを保持するための歯列矯正用ブラケットであって、歯牙面に接着されるベース部に切り欠き溝部を有することを特徴とする歯列矯正用ブラケット。

【効果】本発明により、金属にない耐磨耗性、耐食性、耐薬品性、審美感を持ち合わせ、かつ、機械的強度に優れ、衝撃によって欠損や亀裂が発生がなく、接着強度にも優れ、脱落のないセラミックス製ブラケットを提供することが出来る。



BEST AVAILABLE COPY

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 歯牙の表面に接着剤によって接着され、所定の歯牙間に掛け渡した歯列矯正用ワイヤーを保持するための歯列矯正用ブラケットであって、歯牙面に接着されるベース部に切り欠き溝部を有することを特徴とする歯列矯正用ブラケット。

【請求項2】 歯牙面に接着されるベース部に設けた切り欠き溝部の内部がベース部の裏面側の入口径よりも広くなった状態で形成されているか、ベース部の内部がベース部の裏面側入口より大きな径となって傾斜していることを特徴とする請求項1に記載の歯列矯正用ブラケット。

【請求項3】 ベース部が矩形であって、その縁部に切り欠き溝部を有することを特徴とする請求項1または2に記載の歯列矯正用ブラケット。

【請求項4】 平均粒子径が1 $\mu$ m以下の、ジルコニアまたはジルコニアを含む複合セラミックスからなることを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の歯列矯正用ブラケット。

【請求項5】 複合セラミックスの相対密度が99%以上であって、空隙率が1%以下であることを特徴とする請求項1～4のいずれかに記載の歯列矯正用ブラケット。

【請求項6】 ブラケットの製造において、ジルコニアまたはジルコニアを含む複合セラミックを大気中で焼成する工程、さらに酸素1～20%を含むガス雰囲気下で熱間静水圧成形焼結する工程、焼成後腐食性溶液に浸漬して、接着剤が充填されるブラケットベース表面に起伏を設ける工程、および起伏を設けた部分以外のブラケット表面を研磨する工程からなることを特徴とする歯列矯正用ブラケットの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、強度に優れ、歯牙との接着性が良好な歯列矯正用ブラケットに関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】歯列矯正用ブラケットは一般的に金属で形成され、通常は歯牙に直接接着される、したがって、歯列矯正用ブラケットと歯牙との間を良好に接着することが重要である。金属ブラケットでは長期間にわたり改良が繰り返され、接着自体は概ね許容できるレベルに達している。近年、美的感覚の占める要素が大きくなり、金属に替わってセラミックスが用いられることが多くなった。しかしながら、セラミックス材料は歯牙への固定が難しいため、接着力を向上させるための多くの工夫が提案されている。ブラケットの基部内にアンダーカットを設けたり、特開平5-64644のようにブラケット側の接着面に微細なセラミックス粒子をグリーンの段階で貼付け、焼成によって拡散接合し、接着面に起伏を設け

る方法などが提案されている。ブラケット基部内に不用意にアンダーカットを設けることは、接合強度を改善する反面、ブラケット自体の強度を低下させてしまう。また、微細なセラミックス粒子による接着面の表面起伏は、粒子と歯牙表面との接着強度に対して、粒子とブラケット表面との強度が相対的に小さくなって、剥がれやすくなるという欠点が生じる。

【0003】また、ブラケットに用いるセラミックスについても、せとものと称される磁器、陶器では強度が不十分で、ワイヤーで締め付けの際に破損してしまう可能性が高い。ファインセラミックスの中では、アルミナ、ムライトなどが用いられる場合もあるが、ブラケット自体の形状が複雑であり、特に狭窄した部分に応力集中しやすい構造になっているため、部分的に破損することが多かった。さらに、美的観点からは白色が基本であるが、歯牙に似せるために、極めて近い微妙な色調と透光性があるものは皆無であった。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上述した問題を解決し、歯牙との接着強度を良好に維持できる歯列矯正用ブラケットの素材、構造およびその製造方法を提供することにある。

【0005】近年、金属製ブラケットに替わって、セラミックス製ブラケットが使用されるようになった。セラミックスは金属にない耐食性、審美感を持ち合わせるものの、成形が難しく、製造工程が複雑なためにコスト的に高いものになっている。しかしながら、従来のセラミックス製ブラケットはアルミナが主成分のものであり、わずかな衝撃によって欠損や亀裂が生じるか、接着が弱い場合には脱落するという問題があった。

【0006】本発明はこれらの問題点を解決し、耐摩耗性、耐蝕、耐薬品性に優れたブラケットを提供するものである。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記欠点のない歯列矯正用ブラケットについて、鋭意検討した結果、次の発明に到達した。すなわち、歯牙の表面に接着剤によって接着され、所定の歯牙間に掛け渡した歯列矯正用ワイヤーを保持するための歯列矯正用ブラケットであって、歯牙面に接着されるベース部に切り欠き溝部を有することを特徴とする歯列矯正用ブラケットである。

【0008】さらに、このブラケットの製造において、ジルコニアまたはジルコニアを含む複合セラミックを大気中で焼成する工程、さらに酸素1～20%を含むガス雰囲気下で熱間静水圧成形焼結する工程、焼成後腐食性溶液に浸漬して、接着剤が充填されるブラケットベース表面に起伏を設ける工程、および起伏を設けた部分以外のブラケット表面を研磨する工程からなることを特徴とする歯列矯正用ブラケットの製造方法によって、上記問題が解決される。

【0009】

【発明の実施の形態】歯牙の表面に接着剤によって接着される歯列矯正用ブラケットにおいて、歯牙面に接着されるベース部に切り欠き溝部を形成し、ベース部の裏面に塗布された接着剤を切り欠き溝部で引係るようにすること、さらには、歯牙面に接着されるベース部に設けた切り欠き溝部の内部がベース部の裏面側の入口径よりも広くなった状態で形成されているか、ベース部の内部がベース部の裏面側入口より大きな径となつて傾斜していることが好ましい。

【0010】上記ワイヤーを案内するブラケットのベース部に上記切り欠き溝部を形成し、ほぼ矩形のベース部の縁部に形成する歯列矯正用ブラケットである。これによって従来の問題を解決し、目標とする性能を達成することができる。

【0011】とりわけ、ブラケット素材としては、平均粒子径が $1\mu\text{m}$ 以下の部分安定化ジルコニアまたは部分安定化ジルコニアを含む複合セラミックスからなることが好ましく、焼結体密度は相対密度で99%以上、すなわち部分安定化ジルコニアの実測密度としては $6.02\text{g}/\text{cm}^3$ 以上であつて、空隙率が1%以下であることが好ましい。

【0012】以下、本発明を実施するための具体的方法について、部分安定化ジルコニアセラミックスで歯列矯正用ブラケットを製造する場合について説明する。

【0013】【粉末の種類および合成方法】純度99.9%のオキシ塩化ジルコニルと塩化イットリウム溶液をジルコニア( $\text{ZrO}_2$ )およびイットリア( $\text{Y}_2\text{O}_3$ )としてのモル比率が95:5から98:2となるように混合調整する。調整された混合溶液から $100^\circ\text{C}$ 前後の温度に設定したオートクレーブ中で結晶質水和ジルコニアを得る加水分解法、またはアンモニア水などを添加することによって中和させて溶解度を低くし、非晶質の水酸化ジルコニウムと水酸化イットリウムを沈殿析出させる中和共沈法などの方法により、ジルコニア前駆体を得た後、焼成して高強度ジルコニア粉末原料とする。

【0014】【粉末の性状、物性】粉末の1次粒子径は焼成温度に影響され、 $800\sim 1000^\circ\text{C}$ にて焼成を行うと、 $0.01\sim 0.2\mu\text{m}$ の範囲に分布し、平均1次粒子径は約 $0.1\mu\text{m}$ となる。2次粒子径はレーザー回折法により測定し、 $0.01\sim 30\mu\text{m}$ の範囲に分布し、平均2次粒子径は約 $0.5\sim 2\mu\text{m}$ の範囲となるように粉砕調整する。

【0015】【造粒、成形方法】上記調製した粉末にバインダーの他に分散剤、離型剤、消泡剤を適量添加し、スラリーを調製する。スラリー中の固形成分の量は、粉末100重量部に対し、15~20重量%の範囲で調整する。バインダーはワックス系、アクリル系などのうち一般的なものをを用いて行う。

【0016】このスラリーをニーダーにより混練し、一

般的には射出成形法によってブラケットを成形する。この方法は、小型で複雑形状のものを成形するのに最も適しており、量産化、低コスト化が容易である。

【0017】射出成形の成形条件は、 $140\sim 160^\circ\text{C}$ 、射出圧力 $50\sim 60\text{kg}/\text{cm}^2$ の範囲で行う。

【0018】【焼結方法】射出成形後のブラケットは多くのバインダー等の有機成分を含んでいるため、脱脂が必要である。脱脂条件は $350\sim 800^\circ\text{C}$ の範囲で、脱脂割れが生じないように十分時間をかけて加熱、冷却することが望ましい。

【0019】脱脂後の成形体は、大気中または酸素を含む雰囲気下で、 $1300\sim 1500^\circ\text{C}$ の範囲で30分から3時間焼成することによって、緻密な焼結体を得ることができる。焼結には、通常の常圧焼結法のほか加圧焼結法を用いることができる。

【0020】また、焼結温度と時間は、 $\text{ZrO}_2$ の平均結晶粒径が $1\mu\text{m}$ 以下、望ましくは $0.6\mu\text{m}$ 以下で、焼結体密度が $5.90\text{g}/\text{cm}^3$ 以上で、空隙率が5%以下となるように制御する。焼結時の冷却速度が遅すぎると単斜晶の $\text{ZrO}_2$ が多く析出するため、 $5^\circ\text{C}/\text{分}$ 以上の速度で冷却することが好ましい。

【0021】このようにして得られた上記焼結体は、平均結晶粒径が $1\mu\text{m}$ 以下で、焼結体密度が $6.02\text{g}/\text{cm}^3$ 以上で、空隙率が1%以下であれば、特に問題なく加工工程に持ち込むことができるが、さらに歯牙と同様の色調を得るために、雰囲気を制御して再焼結する。再焼結の条件は、酸素1~20%を含むガス雰囲気下で、 $1\sim 20\text{MPa}$ で熱間静水圧成形焼結するとよい。この方法によって、極めて自然な歯牙の色調を得ることが可能であり、同時に緻密質となることで強度、靱性などの機械的性質が向上する利点もある。

【0022】【加工方法】焼成後のブラケット焼結体は、腐食性溶液に浸漬して、接着剤が充填されるブラケットベース表面に起伏を設ける。腐食性溶液は酸、塩基いずれでもよいが、処理時間を短くするために酸化力の強い熱濃硫酸、弗酸、王水などが適している。

【0023】次に接着面以外のブラケット表面を研磨する。研磨方法は特に問わないが、接着面に入り込まないサイズの粉砕媒体を用いてバレル研磨するのが一般的である。

【0024】以上の工程を経て本発明のセラミックス製ブラケットが製造できる。

【0025】【焼結体の組織、物性】ジルコニア製ブラケットについて上述したが、本発明の歯列矯正用ブラケットの代表的素材として、ジルコニアの他にアルミナ-ジルコニア系複合セラミックスがある。アルミナ-ジルコニア複合セラミックスでは、特に限定されるものではないが、アルミナは0.1~85重量%であることが好ましく、15~80重量%であることがより好ましい。

また、アルミナは、純度が高い方が好ましく、特に限定

されるものではないが、純度は、99.8重量%以上であることが好ましい。残部の15~99.9重量%はジルコニアであり、ジルコニア中には、安定化剤として $Y_2O_3$ 、 $CeO_2$ の1種または2種をジルコニアに対し1.5~5モル%含み、ジルコニアの平均結晶粒径が1 $\mu m$ 以下、アルミナの平均結晶粒径が1 $\mu m$ 以下であり、ジルコニアの体積比で50%以上が室温で準安定な正方晶で存在するアルミナ-ジルコニアセラミックス素材からなるものが好ましい。

【0026】また、アルミナ以外のセラミックスであっても、ジルコニアが15~85%含むものであれば同様に複合セラミックスとして十分に使用に耐えうる。

【0027】好ましくは、本発明のブラケット素材は、ビッカース硬度が1300kgf/mm<sup>2</sup>以上であるセラミックス素材であることが望ましい。硬度が1300kgf/mm<sup>2</sup>未満では、十分な硬度がないので、使用中に摩耗が著しく生じてしまう。

【0028】本発明のブラケットで用いるセラミックスの中には、15~99.9重量%のジルコニアを含む素材がある。ジルコニアが15重量%未満であれば、正方晶から単斜晶への応力誘起変態により強度向上に寄与するジルコニアの量が少ないため、本素材で重要な強度向上の効果が達成できない。

【0029】また、ジルコニアの焼結性を向上する目的で0.1~5重量%の範囲でアルミナを添加することができる。

【0030】本発明の素材では、ジルコニア中に、安定化剤として $Y_2O_3$ 、 $CeO_2$ の1種または2種をジルコニアに対し1.5~5モル%含んでいる。1.5モル%未満であれば、ジルコニア中の正方晶が安定化されず室温において単斜晶で存在する割合が多くなり高強度が期待できない。5モル%を超えると逆に正方晶が完全に安定化される方向になり、室温における応力誘起変態が起こらず、強度が向上しない。より好ましくは、安定化剤として $Y_2O_3$ をジルコニアに対して2~3.5モル%含んでいることが望ましい。

【0031】本発明では、ジルコニアの平均結晶粒径は、1 $\mu m$ 以下である。粒径が1 $\mu m$ を超えると冷却時にジルコニアが単斜晶に変態し、強度が向上せず、また、硬度も高くない。なお、好ましい平均結晶粒径は0.2~0.8 $\mu m$ であり、より好ましい結晶粒径の範囲は、0.2~0.6 $\mu m$ である。

【0032】本発明では、アルミナが含まれる場合は、その平均結晶粒径は1 $\mu m$ 以下であることが好ましい。1 $\mu m$ を超えると硬度が低下し、また、アルミナ基質の強度が低下すると共にジルコニアの単斜晶への変態を抑えることができず、強度が大きく低下するようになる。より好ましい平均結晶粒径は0.5~1.0 $\mu m$ である。

【0033】本発明では、ジルコニアの体積比で好まし

くは50%以上が室温で準安定な正方晶である。正方晶が体積比で50%未満である場合は、正方晶から単斜晶への応力誘起変態による強度向上が期待できない。さらに好ましくは95%以上が望ましい。

【0034】本発明において、焼結体のビッカース硬度が好ましくは1300kgf/mm<sup>2</sup>以上としたとき、耐摩耗性が一層向上する。ビッカース硬度が1300kgf/mm<sup>2</sup>未満では、本素材の耐摩耗性が著しく低下する。

【0035】さらに、焼結体の曲げ強度が65kgf/mm<sup>2</sup>以上であることが望ましい。この値以上の強度で、衝撃に対する抵抗の大きい丈夫なブラケットを実現することができる。より好ましくは、曲げ強度が80kgf/mm<sup>2</sup>以上である。

【0036】また、JISR1607に準拠した予亀裂導入破壊試験法による破壊靱性値が4MPa $\cdot m^{1/2}$ 以上のセラミックスからなるセラミックスを用いることが好ましい。これにより長期間の使用によっても欠損や亀裂の発生などの事故がなく、耐久性のあるブラケットが提供できる。

【0037】さらに、焼結体は粉末X線回折により結晶構造を解析することによって、実質的に単斜晶を含まない正方晶系ジルコニアを含むセラミックスであることが望ましい。

【0038】上記のように、本発明におけるセラミックス素材について、強度と適度な耐摩耗性を有するセラミックス素材ならば特に限定されるものではないが、具体例を挙げるならば、部分安定化ジルコニア、特に正方晶系ジルコニア、ジルコニア-アルミナ複合素材、アルミナ、ムライト等を用いることができる。アルミナは耐摩耗性の尺度となる硬度が高く、1600~2000kgf/mm<sup>2</sup>であるが、曲げ強度は50kgf/mm<sup>2</sup>前後と幾分低い。アルミナ-ジルコニア複合素材は曲げ強度は80kgf/mm<sup>2</sup>前後でアルミナより大きく、且つ硬度も1400kgf/mm<sup>2</sup>以上と高く、耐摩耗性もある。正方晶のジルコニアは平均粒径1 $\mu m$ 以下の固溶化した $Y_2O_3$ を1.5~5モル%含み、平均粒径0.5~2 $\mu m$ からなるものが好ましい。正方晶ジルコニアは曲げ強度が100kgf/mm<sup>2</sup>以上で、硬度は1200~1400kgf/mm<sup>2</sup>のものを用いるのが好ましい。アルミナ-ジルコニア複合素材(ZTA)では、結晶構造として50体積%以上が正方晶である $ZrO_2$ を15~99.9重量%の範囲で含み、かつ、 $Al_2O_3$ の平均粒径が1 $\mu m$ 以下、 $ZrO_2$ の平均粒径が1 $\mu m$ 以下の範囲であることが好ましい。

【0039】[ブラケットの構造] 本発明のブラケットの構成は、図1に示すように、ベース部1、支柱部2、ガイド溝3、ガイド翼部4、切り込み部5および切り欠き溝部6からなる。

【0040】ベース部は接着面全体を指すが、接着面は

図2のようにフラットな単純平滑面でもよいが、外枠部分を厚くし、接着面を窪んだ状態にした図3の「リム」構造にするのが好ましい。この構造にすると、接着剤が凹部に入り込みやすくなって接着が安定する。さらに、接着面となる凹部に梁となるような補強を施し、図4のようなフレーム構造とするとさらに好ましい。この状態で、接着面積は梁の部分だけ小さくなってしまふが、接着面を腐食液で適度に荒らした後にバレル研磨する際、媒体が接着面を直接研磨することがなく、接着面の表面起伏が研磨後も保たれる利点がある。このため、

【0041】さて、接着剤をブラケット接着面に塗布して歯牙と接着しようとする際、接着面は歯牙の形状に合わせて湾曲しているために、完全に接着面全面に接着剤が充填されることは難しい。特に犬歯などの小さく曲率の大きなところでは、接着剤がうまく充填できずブラケットが脱落しやすくなる。そこで、ブラケットのベース部1に歯牙面に接着されるベース部1に切り欠き溝部6を形成し、ベース部の裏面に塗布された接着剤を切り欠き溝部6で引係るようにする。これによってブラケットと接着剤、歯牙と接着剤の間の接着強度が向上する。

【0042】また、ブラケットの外枠部分を厚くし、リムを設けることによって接着面を窪んだ状態にすると、接着剤がこの窪んだ部分に入り込んで接着面が安定しやすくなる。しかしながら、いわばブラケットの接着部分が空洞化することによって、接着剤の粘度が高い場合などは逆に隅の部分に入り込みにくくなり、空気が内在することによって接着剤とブラケットとの間に十分な接着強度が得られない結果となる。これを改善するために、ブラケットの接着面に適度な表面凹凸を設け、接着剤をブラケットに引っ係りやすくすることが望ましい。接着表面に凹凸をつけるには、腐食液または熱処理によってエッチングする方法が簡便で望ましいが、腐食液による化学的エッチングの方が表面状態は角が立って良好な状態となるのでより望ましい。

【0043】さらに、このリムの部分に適度な寸法でアンダーカット状の切り込み溝を設け、接着剤とブラケットの引っ係りを増強し、接着強度を向上することができる。アンダーカットは歯牙面に接着されるベース部に設けた切り欠き溝部6の内部がベース部の裏面側の入口径よりも広がった状態で形成されているか、ベース部の内部がベース部1の裏面側入口より大きな径となって傾斜していることを特徴とする。さらに、この切り込み溝によって、接着剤の充填時に内包した空気を外に逃がす、いわばエア抜き役を担わせることができる。このようにリム部に切り込み溝を設けることは極めて簡単で、これによって接着剤とブラケットの接着強度が向上することができる。

【0044】とりわけ、上記切り欠き溝部6を矩形のベ

ース部の対向する縁部に形成すると、金型に細工することができ、図5のように射出時にアンダーカットのリムを有するブラケットが成形される。図5のブラケットを射出成形する際の金型について示す。ハッチング部分が金型に相当する。図のように組み合わさった金型の上部または下部の金型から粉末スラリーが射出される。この図で重要なことはブラケットのベース部にアンダーカット部分を設けると下部の金型パンチが下方向には抜けないので、紙面に垂直な方法にスライドするように設計しなければならない。

【0045】さらに、接着面となる凹部にフレームを設けることによってブラケット自体の強度を向上させることができるのでさらに好ましい。この状態で、接着面積はフレーム部分だけ小さくなってしまふが、接着面を腐食液で適度に荒らした後にバレル研磨する際、媒体が接着面を直接研磨することがなく、接着面の表面起伏が研磨後も保たれる利点がある。

【0046】なお、これら形状は焼結後加工してもよいが、焼結後のセラミックスは極めて硬度が高く、またブラケットのような小さな製品にミクロンオーダーの加工を施すのは難しいのでグリーン成形時に加工するのが望ましい。その方法は、例えば射出成形を用いる場合は予め金型のリムの部分にアンダーカットとなるような切り込み溝6を設けるか、または射出成形後、上記形状の切り込み溝6を設けてもよい。

【0047】このような加工を施した後、表面研磨を行うが、表面粗さは中心線平均粗さで $0.2\mu\text{m}$ 以下となるようにする。この程度の表面粗さでは、違和感のない自然の歯牙に近い表面状態が実現できる。表面粗さの測定は触針式またはレーザーなどの光学系位相差を用いて測定する方法でもよいが、検出精度に限界がある場合は、原子間力顕微鏡や複数の検出器のある走査型電子顕微鏡により、表面粗さを測定する方法が再現性よく高精度の測定が可能となるので好ましい。

【0048】

【物性測定の方法】ブラケット素材の密度、空隙率、平均結晶粒径、ビッカース硬度および素材中に含まれるジルコニアの正方晶率は以下のようにして求めた。

【0049】(1) 密度

密度はアルキメデス法により求めた。

【0050】(2) 空隙率

空隙率は、アルミナ-ジルコニアセラミックスの場合、ジルコニアの理論密度を $6.10\text{g}/\text{cm}^3$ 、アルミナのそれを $3.99\text{g}/\text{cm}^3$ として配合比により複合セラミックスの理論密度を求め、先に求めたアルキメデス法の値をこの理論密度の値で割ることにより求めた。

【0051】(3) 平均結晶粒径

平均粒子径は、ジルコニア表面を研磨した後エッチングし、そのエッチング面の走査型電子顕微鏡を用いて、1000～20000倍の写真において、結晶粒の円相当

径の数平均径を画像処理にて求めた。

【0052】(4) 曲げ強度

JIS R 1601の3点曲げ強度試験方法に準拠して行った。

【0053】(5) ビッカース硬度

ビッカース硬度は、セラミックス表面を注意深く鏡面研磨し、そこにビッカース圧子を、加重 $P$  [kgf] でセラミックス表面に圧入したときにできる圧痕の対角線の長さを $d$  [mm] とすると、下式 $Hv [kgf/mm^2] = 1.85437 \times P / d^2$  によって求め、7点測定した後、最高値と最低値を除く5点の平均値とした。

【0054】(6) 正方晶ジルコニア率

正方晶ジルコニア率は、素材表面を注意深く鏡面研磨し、X線回折法によって分析したとき、 $2\theta = 30.2^\circ$  付近に現れる正方晶の(111)面の回折ピークの積分強度 $T(111)$ と、 $2\theta = 28.2^\circ$  付近に現れる単斜晶の(111)面の回折ピークの積分強度 $M(111)$ と、 $2\theta = 31.5^\circ$  付近に現れる単斜晶の(111 $^-$ )面の回折ピークの積分強度 $M(111^-)$ とから、下式

$$T(111) / \{T(111) + M(111) + M(111^-)\} \times 100$$

【体積%】によって求めた。なお、 $1^-$  は、 $-1$ を表す。

【0055】(7) 接着強度

表面を600番砥石によって仕上げた牛歯エナメル質をリン酸処理後、水洗、乾燥しておく。次にブラケット接着面の部分に接着剤を盛りつけ、30分間エナメル質面に圧接する。0℃から80℃のヒートサイクルを500回繰り返した後、剪断試験を行って接着強度を評価した。剪断試験の方法はエナメル質の板を治具に固定し、試験機の上パンチをブラケットに接触してから0.2mm/分の速度で降下させる。ブラケットが脱落したときの荷重、接着部の面積から接着強度を計算する。単位は $kgf/cm^2$  である。とりわけ代表的な接着剤としては、クラレ(株)製“バナビア”21やサンメディカル社製“スーパーボンドC&B”がよく用いられるが、適宜他の接着剤を用いてもよい。

【0056】

【実施例】以下に、本発明について、下記実施例を用いて、具体的に説明する。ただし、本発明はこれに限定されない。

【0057】実施例1

純度99.9%のオキシ塩化ジルコニウムと塩化イットリウム溶液をジルコニアおよびイットリアに換算して、モル比率97.25:2.75となるように混合調製し、これにさらに $Al_2O_3$  換算で0.5重量%となるように塩化アルミニウムを添加する。調製された混合溶液から、95℃に設定したオートクレーブ中でジルコニ

ア前駆体となる結晶質水和ジルコニアを得た。これを800℃にて焼成し、平均粒子径0.12 $\mu m$ の粉末原料とする。

【0058】これに粉末固形分100重量部に対して、ワックスバインダーを18重量部を加えてニーダーを用いて混練し、射出成形した。成形体に切り欠き溝が形成されるように、金型のブラケット外枠に逆テーパ状のピンを設け、上述したリムとフレームからなる構造とした。

【0059】成形体は、500℃にて脱脂後、大気中1400℃、1時間焼成した後、1400℃、1時間、2000気圧にて、酸素を5%含むアルゴンガス雰囲気中で熱間静水圧成形することによって、密度6.08g/cm<sup>3</sup>、空隙率0.3%の緻密な焼結体を得ることができた。これを40%弗酸溶液で腐食した後、バレル研磨によって最終的に最大粗さ0.03 $\mu m$ の鏡面に仕上げた。

【0060】 $ZrO_2$  の平均結晶粒径: 0.3 $\mu m$

$ZrO_2$  の正方晶の割合: 100体積%

20 ビッカース硬度 : 1350kgf/mm<sup>2</sup>

焼結体の表面粗さは、原子間力顕微鏡により測定した。平均表面粗さは5.4nmで、最大粗さが76nmであった。また、観察したボールの表面において、巾0.5 $\mu m$ 以上で、かつ、深さ0.35 $\mu m$ 以上、長さ10 $\mu m$ 以上の研磨傷はなかった。

【0061】焼結体を粉末X線回折により結晶構造を解析した結果、実質的に単斜晶を含まない正方晶100%のジルコニアであった。

【0062】接着試験用の接着剤はサンメディカル社製“スーパーボンドC&B”を用いた。接着強度の測定結果は、 $206 \pm 55 kgf/cm^2$  であった。従来型の接着強度は $150 kgf/cm^2$  レベルであるから、強度としては30%以上の向上が見られた。

【0063】実施例2

平均粒径が0.3 $\mu m$ で純度が99.8%であるアルミナ粉末を70重量%、3モル%のイットリアを含む平均粒径0.1 $\mu m$ のジルコニア粉末を30重量%の割合で、媒体攪拌型ミルを用いて、3時間、純水中で湿式混合粉砕して、平均凝集粒径を0.6 $\mu m$ に調製した後、

40 アクリルバインダーを粉末固形分100重量部に対して17重量部加え、ニーダーより混練し混合粉末を得た。

【0064】次に、射出成形によって所定形状のブラケットを作製する。成形体に切り欠き溝が形成されるように、金型のブラケット外枠に逆テーパ状のピンを設け、上述したリムとフレームからなる構造とした。

【0065】成形体は、500℃にて脱脂後、大気中1550℃、1時間焼成した後、1500℃、1時間、2000気圧にて、酸素を5%含むアルゴンガス雰囲気中で熱間静水圧成形することによって、密度4.54g/cm<sup>3</sup>、空隙率0.4%の緻密な焼結体を得ることがで

11

きた。これを40%硝酸溶液で腐食した後、バレル研磨によって最終的に最大粗さ0.05 $\mu$ mの鏡面に仕上げた。

【0066】上記成形体を、大気中にて1550℃、2時間焼結し、アルミナ-ジルコニア複合セラミックス製ブラケットを得た。

【0067】 $Al_2O_3$ の平均結晶粒径：0.8 $\mu$ m

$ZrO_2$ の平均結晶粒径：0.5 $\mu$ m

$ZrO_2$ の正方晶の割合：100体積%

ビッカース硬度：1710kgf/mm<sup>2</sup>

接着試験用の接着剤はサンメディカル社製“スーパーボンドC&B”を用いた。接着強度の測定結果は、166 $\pm$ 44kg/cm<sup>2</sup>であった。従来型の接着強度は150kg/cm<sup>2</sup>レベルであるから、強度としては10%の向上が見られた。

【0068】

【発明の効果】本発明により、金属にない耐磨耗性、耐食性、耐薬品性、審美感を持ち合わせ、かつ、機械的強度に優れるため衝撃によって欠損や亀裂が発生がなく、接着強度にも優れるので脱落のないセラミックス製ブラ

12

ケットを提供することが出来る。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の歯列矯正用ブラケットの一例を示す模式図である。

【図2】本発明の歯列矯正用ブラケットのベース部が単純平滑面である一例を示す模式図である。

【図3】本発明の歯列矯正用ブラケットのベース部が窪んだ状態である一例を示す模式図である。

【図4】本発明の歯列矯正用ブラケットのベース部が窪んだ状態で梁を施した一例を示す模式図である。

【図5】本発明の歯列矯正用ブラケットを射出成型法によって製造する一例を示す模式図である。

【符号の説明】

1：ベース部

2：支柱部

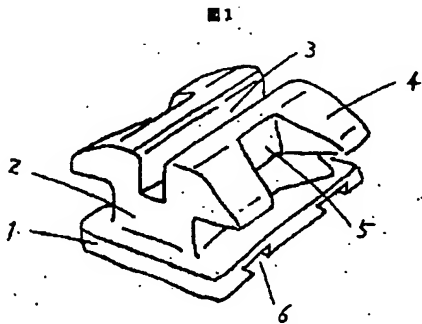
3：ガイド溝

4：ガイド翼部

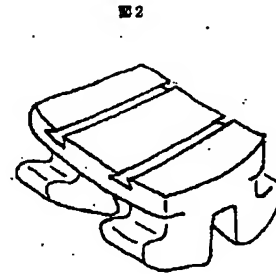
5：切り込み部

6：切り欠き溝部

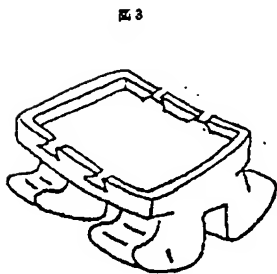
【図1】



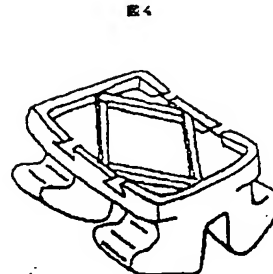
【図2】



【図3】



【図4】



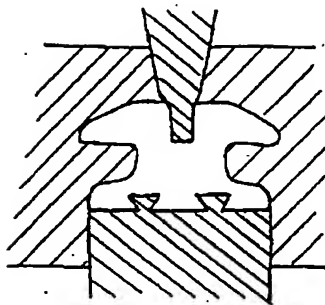
BEST AVAILABLE COPY

(8)

待開平11-276504

【圖5】

圖5



BEST AVAILABLE COPY